

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-81511

(P2000-81511A)

(43) 公開日 平成12年3月21日 (2000.3.21)

(51) Int.Cl.⁷

G 02 B 5/22

C 09 K 3/00

識別記号

105

F I

G 02 B 5/22

C 09 K 3/00

マーク (参考)

105

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平11-182636

(22) 出願日 平成11年6月29日 (1999.6.29)

(31) 優先権主張番号 特願平10-184765

(32) 優先日 平成10年6月30日 (1998.6.30)

(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 北山 靖之

埼玉県大宮市北袋町2-336

(72) 発明者 池田 征明

東京都板橋区舟渡2-4-3-901

(72) 発明者 大西 正男

埼玉県大宮市北袋町2-336

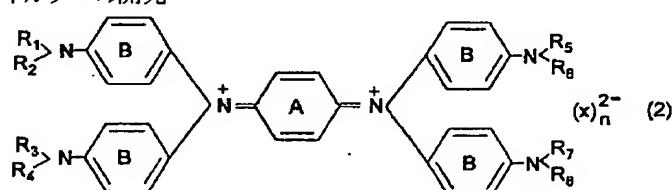
(54) 【発明の名称】 赤外線カットフィルター

(57) 【要約】

【課題】 耐熱性、耐光性、赤外線吸収率、可視光透過率等の優れた赤外線カットフィルターの開発

【解決手段】 下記式 (2)

【化1】



(式 (2)においてR1からR8の置換基としては少なくとも1つのシアノ置換アルキル基を置換基として持ち、環A、Bは更に置換基を有しても良い)で示される構造

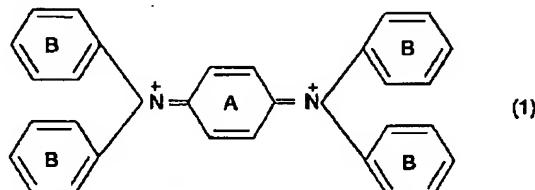
を有するジイモニウム塩化合物を少なくとも一種含有する赤外線カットフィルター

【特許請求の範囲】

【請求項1】ジイモニウムカチオンとして、下記式

(1)

【化1】



で示される骨格構造を有し、2つの4級窒素に結合する4つのフェニル基のそれぞれの4位に、置換基を有していてもよい、アミノ基が結合しており、該4つのアミノ基の少なくとも1つが、置換基として、シアノアルキル基を有し、環A、Bは更に置換基を有していてもよいジイモニウム塩化合物を含有する層を有する赤外線カットフィルター。

【請求項2】シアノアルキル基がシアノ($C_1 \sim C_5$)アルキル基である請求項1に記載の赤外線カットフィルター。

【請求項3】4つのアミノ基の全てにシアノアルキル基が結合している請求項1または2に記載の赤外線カットフィルター。

【請求項4】シアノアルキル基が結合しているアミノ基がジ(シアノアルキル)アミノ基である請求項3に記載の赤外線カットフィルター。

【請求項5】シアノアルキル基がシアノプロピル基である請求項4に記載の赤外線カットフィルター。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、赤外領域に吸収を有するジイモニウム塩化合物を含有する耐熱性及び耐光性に優れた赤外線カットフィルターに関する。

【0002】

【従来の技術】従来、赤外線吸収剤であるジイモニウム塩化合物は、断熱フィルム及びサングラス等に広く利用されている。しかし、光や製造時における加熱処理などにより劣化が起こり、色素自体の耐熱性及び耐光性が問題となっている。

【0003】特に近年、盛んに検討されている大型薄型テレビ、ディスプレーとして注目されているPDPは、近赤外線光を出し、近赤外線リモコン等を用いている電子機器に誤作動を起こさせるという問題があった。近赤外線吸収色素を用いてフィルターを作製することはあるが、色素の耐熱性、耐光性、赤外線吸収率、可視光透過率等の点で、満足する化合物は提供されていなかった。

【0004】

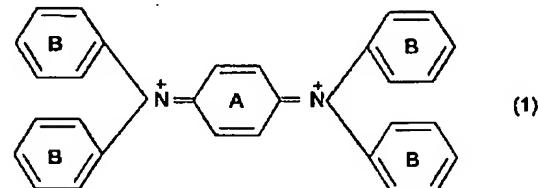
【発明が解決しようとする課題】本発明はこの様な状況に鑑みてなされたものであり、本発明の目的は、従来のものよりも耐熱性、耐光性、赤外線吸収率、可視光透過率等の優れた赤外線カットフィルターを提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは前記したような課題を解決すべく銳意努力した結果、本発明を完成了。すなわち本発明は、(1)ジイモニウムカチオンとして、下記式(1)

【0006】

【化2】



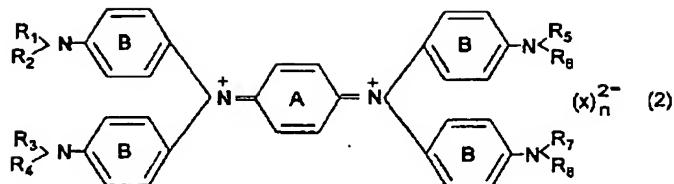
【0007】で示される骨格構造を有し、2つの4級窒素に結合する4つのフェニル基のそれぞれの4位に、置換基を有していてもよい、アミノ基が結合しており、該4つのアミノ基の少なくとも1つが、置換基として、シアノアルキル基を有し、環A、Bは更に置換基を有していてもよいジイモニウム塩化合物を含有する層を有する赤外線カットフィルター、(2)シアノアルキル基がシアノ($C_1 \sim C_5$)アルキル基である(1)に記載の赤外線カットフィルター、(3)4つのアミノ基の全てにシアノアルキル基が結合している(1)または(2)に記載の赤外線カットフィルター、(4)シアノアルキル基が結合しているアミノ基がジ(シアノアルキル)アミノ基である(3)に記載の赤外線カットフィルター、(5)シアノアルキル基がシアノプロピル基である(4)に記載の赤外線カットフィルター、に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】本発明の赤外線カットフィルターは、上記式(1)で示される骨格構造を有し、2つの4級窒素に結合する4つのフェニル基のそれぞれの4位に、置換基を有していてもよい、アミノ基が結合しており、該4つのアミノ基の少なくとも1つが、置換基として、シアノ置換アルキル基を有するジイモニウム塩化合物含有層を有することを特徴とする。このようなジイモニウム塩化合物の代表例を化学式で示すと下記式(2)の通りである。

【0009】

【化3】



【0010】式(2)において、環A、Bはそれぞれ1から4つの置換基を有していても良い。R1からR8は炭素数1から8の置換基であり、その少なくとも1つはシアノ置換アルキル基であり、残りはアルキル基である。また、Xは陰イオンであり、nは1または2の整数である。

【0011】環Aには1から4つの置換基を有していても、いなくても良い。結合しても良い置換基としては、例えばハロゲン原子、ヒドロキシル基、アルコキシ基、シアノ基、低級アルキル基があげられる。ハロゲン原子としては、例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等が挙げられる。アルコキシ基としては、例えばメトキシ基、エトキシ基等のC₁～C₅のアルコキシ基が挙げられ、低級アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基等のC₁～C₅のアルキル基が挙げられる。好ましくはAが置換基を有していないか、ハロゲン原子（特に塩素原子、臭素原子）、メチル基またはシアノ基で置換されているものが好ましい。又環Bに前記アミノ基以外の置換しうる置換基としてはハロゲン原子、ヒドロキシル基、アルコキシ基、シアノ基、低級アルキル基があげられる。ハロゲン原子としては、例えばフッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等が挙げられる。又、アルコキシ基としては、例えばメトキシ基、エトキシ基等のC₁～C₅のアルコキシ基が挙げられ、更に低級アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基等のC₁～C₅のアルキル基が挙げられる。

【0012】R1からR8の置換基は、少なくとも1つはシアノ置換アルキル基であり、残りは炭素数1から8(C₁～C₈)のアルキル基である。アルキル部分は直鎖状でもあるいは分岐鎖状のいずれでもよい。また、それ同じであっても異なっていても良い。シアノ置換アルキル基としては、例えばシアノメチル基、2-シアノエチル基、3-シアノプロピル基、2-シアノプロピル基、4-シアノブチル基、3-シアノブチル基、2-シアノブチル基、5-シアノペンチル基、4-シアノペンチル基、3-シアノペンチル基、2-シアノペンチル基、6-シアノヘキシル基、5-シアノヘキシル基、4-シアノヘキシル基、3-シアノヘキシル基、2-シアノヘキシル基等のシアノ置換(C₁～C₈)アルキル基が挙げられ、アルキル部分の炭素数が2～5のものが好ましい。更に好ましくはシアノプロピル基が挙げられる。R₁からR₈の置換基であるアルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、ter-ブチル

基、ベンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基等があげられる。

【0013】Xは1価の陰イオンまたは2価の陰イオンである。1価の陰イオンの場合nは2であり、2価の陰イオンの場合nは1である。1価の陰イオンとしては、例えば有機酸1価アニオン、無機1価アニオン等があげられる。有機酸1価アニオンとしては、例えば酢酸イオン、乳酸イオン、トリフルオロ酢酸イオン、プロピオン酸イオン、安息香酸イオン、シュウ酸イオン、コハク酸イオン、ステアリン酸イオン等の有機カルボン酸イオン、メタンスルホン酸イオン、トルエンスルホン酸イオン、ナフタレンモノスルホン酸イオン、クロロベンゼンスルホン酸イオン、ニトロベンゼンスルホン酸イオン、ドデシルベンゼンスルホン酸イオン、ベンゼンスルホン酸イオン、エタンスルホン酸イオン、トリフルオロメタンスルホン酸イオン等の有機スルホン酸イオン、テトラフェニルホウ酸イオン、ブチルトリフェニルホウ酸イオン等の有機ホウ酸イオン等があげられ、好ましくは、トリフルオロメタンスルホン酸イオン、トルエンスルホン酸イオン等のハロゲノアルキルスルホン酸イオンもしくはアルキルアリールスルホン酸イオンが挙げられる。

【0014】無機1価アニオンとしては、例えばフッ素イオン、塩素イオン、臭素イオン、ヨウ素イオン等のハロゲンイオン、チオシアノ酸イオン、ヘキサフルオロアソチモニ酸イオン、過塩素酸イオン、過ヨウ素酸イオン、硝酸イオン、テトラフルオロホウ酸イオン、ヘキサフルオロリン酸イオン、モリブデン酸イオン、タンゲスタン酸イオン、チタン酸イオン、バナジン酸イオン、リン酸イオン、ホウ酸イオン等があげられ、好ましいものとしては、過塩素酸イオン、ヨウ素イオン、テトラフルオロホウ酸イオン、ヘキサフルオロリン酸イオン、ヘキサフルオロアソチモニ酸イオン等があげられる。

【0015】2価の陰イオンとしては、例えばナフタレン-1、5-ジスルホン酸、R酸、G酸、H酸、ベンゾイルH酸、p-クロルベンゾイルH酸、p-トルエンスルホニルH酸、クロルH酸、クロルアセチルH酸、メタニルH酸、6-スルホナフチル- α 酸、C酸、 ϵ 酸、p-トルエンスルホニルR酸、ナフタリン-1、6-ジスルホン酸、1-ナフトール-4、8-ジスルホン酸、等のナフタレンジスルホン酸誘導体、カルボニルJ酸、4,4'-ジアミノスチルベン-2,2'-ジスルホン酸、ジJ酸、ナフタル酸、ナフタリン-2,3-ジカルボン酸、ジフェン酸、スチルベン-4,4'-ジカルボン酸、6-スルホ-2-オキシ-3-ナフトエ酸、アン

トラキノン-1, 8-ジスルホン酸、1, 6-ジアミノアントラキノン-2, 7-ジスルホン酸、2-(4-スルホフェニル)-6-アミノベンゾトリアゾール-5-スルホン酸、6-(3-メチル-5-ピラゾロニル)-ナフタレン-1, 3-ジスルホン酸、1-ナフトール-6-(4-アミノ-3-スルホ)アニリノ-3-スルホン酸等の2価の有機酸のイオンが挙げられる。

【0016】これらの陰イオンのうち、好ましいものとしては、例えば過塩素酸イオン、ヨウ素イオン、テトラフルオロホウ酸イオン、ヘキサフルオロリン酸イオン、ヘキサフルオロアンチモン酸イオン、トリフルオロメタスルホン酸イオン、トルエンスルホン酸イオン等が挙

げられる。

【0017】次に、一般式(2)で示されるジモニウム塩化合物の具体例を表1~3に示す。表1~3中、1, 5-NpSは1, 5-ナフタレンジスルホン酸、TsOはトルエンスルホン酸イオンを表す。また、Aが無置換の場合は「4H」と、R₁~R₈が全てシアノエチル基である場合には「4(CH₂CH₂CN, CH₂CH₂CN)」と、またR₁~R₈のうち、例えば1つがn-ブチル基で残りがシアノエチル基である場合には「3(CH₂CH₂CN, CH₂CH₂CN) (CH₂CH₂CN, n-C₄H₉)」等と簡略して表記する。

【0018】

表1

NO.	A	(R ₁ , R ₂) (R ₃ , R ₄) (R ₅ , R ₆) (R ₇ , R ₈)	X	n
1	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
2	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
3	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	TsO	2
4	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	PF ₆	2
5	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	BF ₄	2
6	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	1,5-NpS	1
7	4H	4(CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
8	4H	4(CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
9	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
10	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
11	4H	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	1,5-NpS	1

【0019】

表2

NO.	A	(R ₁ , R ₂) (R ₃ , R ₄) (R ₅ , R ₆) (R ₇ , R ₈)	X	n
12	4H	3(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN) (CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, n-C ₄ H ₉),	SbF ₆	2
13	4H	3(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN) (CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, n-C ₄ H ₉),	ClO ₄	2
14	4H	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
15	4H	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
16	4H	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
17	4H	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
18	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
19	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
20	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	1,5-NpS	2
21	C1	4(CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
22	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2

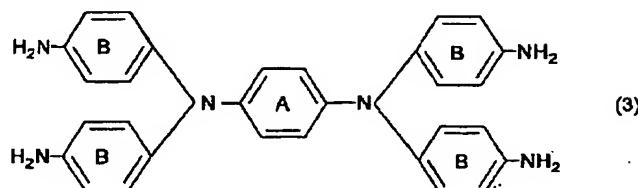
【0020】

表3

NO.	A	(R ₁ , R ₂) (R ₃ , R ₄) (R ₅ , R ₆) (R ₇ , R ₈)	X	n
23	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
24	C1	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	1,5-NpS	1
25	C1	3(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN) (CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, n-C ₄ H ₉),	ClO ₄	2
26	C1	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
27	C1	3(n-C ₄ H ₉ , n-C ₄ H ₉) (n-C ₄ H ₉ , CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2
28	2Br	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
29	2Br	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	SbF ₆	2
30	Cl3	4(CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN, CH ₂ CH ₂ CH ₂ CN),	ClO ₄	2

31	CH3	4(CH2CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CH2CN),	C104	2
32	CH30	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	C104	2
33	4F	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	C104	2
34	CN	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	C104	2
35	4CN	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	PF6	2
36	2CN	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	PF6	2
37	2CH3	4(CH2CH2CH2CN, CH2CH2CH2CN),	PF6	2

【0021】本発明で使用する一般式(1)で表される化合物は、例えば次の様な方法で得ることができる。ウルマン反応及び還元反応で得られる下記式(3)



【0023】で表されるアミノ体を、有機溶媒中、好ましくはDMF、DMI、NMP等の水溶性極性溶媒中、30~160℃、好ましくは50~140℃でハロゲン化された対応するシアノアルキルと反応させ全置換体を得るか、又は先に所定のモル数のハロゲン化アルキルと反応させた後、ハロゲン化された対応するシアノアルキルと反応させ式(3)の化合物のシアノアルキル置換体を得る。

【0024】その後、式(3)の化合物のシアノアルキル置換体を、有機溶媒中、好ましくはDMF、DMI、NMP等の水溶性極性溶媒中、0~100℃、好ましくは5~70℃で対応する銀塩を用いて酸化することにより、本発明の一般式(1)で表される化合物が得られる。また、式(3)の化合物のシアノアルキル置換体を硝酸銀、過塩素酸銀、塩化第二銅等の酸化剤で酸化し、その反応液に、所望のアニオンの酸もしくは塩を添加して塩交換を行う方法によっても一般式(1)で表される化合物を合成することが出来る。

【0025】本発明の赤外線カットフィルターは、上記のジイモニウム塩化合物含有層を基材上に設けたものでも良く、また基材自体がジイモニウム塩化合物含有層であっても良い。基材としては、特に制限されないが、通常樹脂製の基材が使用される。ジイモニウム塩化合物含有層の厚みは0.1μm~10mm程度であるが、赤外線カット率等の目的に応じて、適宜決定される。また、ジイモニウム塩化合物の含有量も目的とする赤外線カット率に応じて、適宜決定される。

【0026】ベースとなる樹脂としては、樹脂板又は樹脂フィルムにした場合、できるだけ透明性の高いものが好ましく、具体例として、ポリエチレン、ポリスチレン、ポリアクリル酸、ポリアクリル酸エステル、ポリ酢酸ビニル、ポリアクリロニトリル、ポリ塩化ビニル、ポリフッ化ビニル等のビニル化合物、及びそれらのビニル

【0022】

【化4】

化合物の付加重合体、ポリメタクリル酸、ポリメタクリル酸エステル、ポリ塩化ビニリデン、ポリフッ化ビニリデン、ポリアン化ビニリデン、フッ化ビニリデン/トリフルオロエチレン共重合体、フッ化ビニリデン/テトラフルオロエチレン共重合体、シアン化ビニリデン/酢酸ビニル共重合体、等のビニル化合物又はフッ素系化合物の共重合体、ポリトリフルオロエチレン、ポリテトラフルオロエチレン、ポリヘキサフルオロプロピレン等のフッ素を含む樹脂、ナイロン6、ナイロン66等のポリアミド、ポリイミド、ポリウレタン、ポリペプチド、ポリエチレンテレフタレート等のポリエスチル、ポリカーボネート、ポリオキシメチレン等のポリエーテル、エポキシ樹脂、ポリビニルアルコール、ポリビニルブチラール等が挙げられる。

【0027】上記化合物を用いて、本発明の赤外線カットフィルターを作製する方法としては、特に限定されるものではないが、例えば次の方法が利用できる。例えば、(1)樹脂に上記のジイモニウム塩化合物を混練し、加熱成形して樹脂板あるいはフィルムを作製する方法。(2)化合物と樹脂モノマーまたは樹脂モノマーの予備重合体を重合触媒の存在下にキャスト重合し、樹脂板あるいはフィルムを作製する方法。(3)化合物を含有する塗料を作製し、透明樹脂板、透明フィルム、或いは透明ガラス板にコーティングする方法。(4)化合物を接着剤に含有させて、合わせ樹脂板、合わせ樹脂フィルム、或いは合わせガラス板を作製する方法等である。

【0028】(1)の作製方法としては、用いる樹脂によって加工温度、フィルム化(樹脂板化)条件等が多少異なるが、通常、本発明の化合物をベース樹脂の粉体或いはペレットに添加し、150~350℃に加熱、溶解させた後、成形して樹脂板を作製する方法、押し出し機によりフィルム化(樹脂板化)する方法等が挙げられる。上記のジイモニウム塩化合物の添加量は、作製する

樹脂板或いはフィルムの厚み、吸収強度、可視光透過率によって異なるが、一般的にバインダー樹脂の重量に対して、0.01～30%、好ましくは0.03～15%使用される。

【0029】上記の化合物と樹脂モノマーまたは樹脂モノマーの予備重合体を重合触媒の存在下にキャスト重合し、作製する(2)の方法において、それらの混合物を型内に注入し、反応させて硬化させるか、或いは金型に流し込んで型内で硬い製品となるまで固化させて成形する。多くの樹脂がこの過程で成形可能であり、具体例としてアクリル樹脂、ジエチレングリコールビス(アリルカーボネート)樹脂、エポキシ樹脂、フェノール-ホルムアルデヒド樹脂、ポリスチレン樹脂、シリコン樹脂、等が挙げられる。その中でも、硬度、耐熱性、耐薬品性に優れたアクリルシートが得られるメタクリル酸メチルの塊状重合によるキャスティング法が好ましい。

【0030】重合触媒としては公知のラジカル熱重合開始剤が利用でき、例えばベンゾイルパーオキシド、p-クロロベンゾイルパーオキシド、ジイソプロピルパーオキシカーボネート等の過酸化物、アゾビスイソブチロニトリル等のアゾ化合物が挙げられる。その使用量は混合物の総量に対して、一般的に0.01～5wt%である。熱重合における加熱温度は、一般的に40～200°Cであり、時間は一般的に30分～8時間程度である。また熱重合以外に、光重合開始剤や増感剤を添加して光重合する方法も利用できる。

【0031】(3)の方法としては、本発明の化合物をバインダー樹脂及び有機溶媒に溶解させて塗料化する方法、本発明の化合物を微粒子化して分散して、水系塗料とする方法等がある。前者の方法では例えば、脂肪族エステル樹脂、アクリル系樹脂、メラミン樹脂、ウレタン樹脂、芳香族エステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリビニル系樹脂、脂肪族ポリオレフィン樹脂、芳香族ポリオレフィン樹脂、ポリビニルアルコール樹脂、ポリビニル変性樹脂等、或いはそれらの共重合樹脂をバインダーとして用いる事ができる。

【0032】溶媒としては、ハロゲン系、アルコール系、ケトン系、エステル系、脂肪族炭化水素系、芳香族炭化水素系、エーテル系の溶媒、或いはそれらの混合物の溶媒を用いることができる。本発明のジイモニウム塩化合物の濃度は、作製するコーティングの厚み、吸収強度、可視光透過率によって異なるが、バインダー樹脂に対して、一般的に0.1～30%である。

【0033】上記のように作製した塗料は、透明樹脂フィルム、透明樹脂板、透明ガラス等の上にスピンドルコーター、バーコーター、ロールコーター、スプレー等でコーティングして得ることができる。

【0034】(4)の方法において、接着剤としては、一般的なシリコン系、ウレタン系、アクリル系等の樹脂用、或いは合わせガラス用のポリビニルブチラール接着

剤、エチレン-酢酸ビニル系接着剤等の合わせガラス用の公知の透明接着剤が使用できる。本発明の化合物を0.1～30%添加した接着剤を用いて透明な樹脂板同士、樹脂板と樹脂フィルム、樹脂板とガラス、樹脂フィルム同士、樹脂フィルムとガラス、ガラス同士を接着して、フィルターを作製する。

【0035】尚、それぞれの方法で混練、混合の際、紫外線吸収剤、可塑剤などの通常の樹脂成形に用いる添加剤を加えても良い。

【0036】本発明の赤外線カットフィルターは、一般式(1)で表される化合物だけでも良いが、他の近赤外線吸収化合物と混ぜて作製しても良い。他の近赤外線吸収化合物としては、例えばフタロシアニン系、シアニン系色素等があげられる。また、無機金属の近赤外線吸収化合物としては、例えば金属銅或いは硫化銅、酸化銅等の銅化合物、酸化亜鉛を主成分とする金属混合物、タンゲステン化合物、ITO、ATO等が挙げられる。

【0037】又、フィルターの色調を変えるために、可視領域に吸収を持つ色素を、本発明の効果を阻害しない範囲で加えることも好ましい。又、調色用色素のみを含有するフィルターを作製し、後で張り合わせることもできる。

【0038】この様な赤外線カットフィルターは、ディスプレーの前面板に用いられる場合等には、可視光の透過率は高いほど良く少なくとも40%以上、好ましくは50%以上必要である。近赤外のカット領域は800～900nm、より好ましくは800～1000nmであり、その領域の平均透過率が50%以下、より好ましくは30%以下、更に好ましくは20%以下、特に好ましくは10%以下になることが望ましい。

【0039】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に具体的に説明するが、本発明が、これらの実施例に限定されるものではない。尚、実施例中、部は特に限定しない限り重量部を表す。

【0040】合成例1

＜置換化反応＞DMF 16部中にN, N, N', N' -テトラキス(アミノフェニル)-p-フェニレンジアミン2.2部、4-ブロモブチロニトリル1.2部を加え、130°Cで10時間反応する。冷却後、液済過し、この反応液にメタノール40部を加え、5°C以下で1時間攪拌する。生成した結晶を済過し、メタノールで洗浄した後、乾燥し薄茶色結晶2.8部を得た。

【0041】＜酸化反応＞DMF 14部中にN, N, N', N' -テトラキス(p-ジ(シアノプロピル)アミノフェニル)-p-フェニレンジアミン1.0部を加え、60°Cに加熱溶解した後、DMF 14部に溶解した六フッ化アンチモン酸銀0.73部を加え、30分反応する。冷却後析出した銀を済別する。この反応液に水20部をゆっくりと滴下し、滴下後15分攪拌する。生成

した黒色結晶を沪過し、50部の水で洗浄し、得られた ケーキを乾燥して、No. 1の化合物1.4部を得た。

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 89,000
分解温度 235°C (TG-DTA)

【0042】合成例2

上記合成例1の六フッ化アンチモン酸銀を過塩素酸銀に

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 87,000
分解温度 254°C (TG-DTA)

【0043】合成例3

上記合成例1の六フッ化アンチモン酸銀を硝酸銀に変え、その反応液に1,5-ジナフタレンスルホン酸を加

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 90,000
分解温度 238°C (TG-DTA)

【0044】合成例4

上記合成例1の六フッ化アンチモン酸銀の代わりに六フ

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 90,000
分解温度 240°C (TG-DTA)

【0045】合成例5

上記合成例1の六フッ化アンチモン酸銀の代わりに四フ

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 87,000
分解温度 214°C (TG-DTA)

【0046】合成例6

上記合成例1の置換反応で、4-ブロモブチロニトリルの代わりに5-ブロモバレロニトリルを用いた以外は同様に合成し、N, N, N', N'-テトラキス{p-ジ

λ_{max} 1084 nm (ジクロロメタン) 吸光係数 96,000
分解温度 253°C (TG-DTA)

【0047】合成例7

上記合成例6の六フッ化アンチモン酸銀の代わりに過塩

λ_{max} 1085 nm (ジクロロメタン) 吸光係数 98,000
分解温度 240°C (TG-DTA)

【0048】その他の化合物例についても上記合成例1及び6と同様に対応するフェニレンジアミン誘導体を合成する。それを対応する銀塩又は適当な酸化剤で酸化した後、対応する陰イオンを反応させることにより、合成できる。

【0049】実施例1

テトラフロロプロパンオール10部に前記合成例1で得られたNo. 1の化合物0.1部を溶解し、その溶液約1mgをポリカーボネート基盤に回転速度2000 rpmでスピンドルトし、本発明の赤外線カットフィルターを得た。得られた赤外線カットフィルターをスガ試験機製紫外線ロングライフカーボンアーク耐光試験機(ブラックバネル温度63°C)に入れ、基盤側から光を照射させ、5時間、10時間、20時間で耐光安定性試験を行った。また、得られた赤外線カットフィルターを80°Cの熱風乾燥機で1日、4日、7日で耐熱安定性試験を行った。試験後、いずれも色素残存率を分光光度計にて測定した。耐光試験の結果を表4に、耐熱試験の結果を表5に示す。

【0050】その他の実施例についても上記実施例1と

変えた以外は同様に合成し、No. 2の化合物1.4部を得た。

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 87,000
分解温度 254°C (TG-DTA)

えて反応させた以外は同様に合成し、No. 6の化合物1.0部を得た。

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 90,000
分解温度 238°C (TG-DTA)

化リジン酸銀を用いた以外は同様に合成し、No. 4の化合物1.4部を得た。

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 90,000
分解温度 240°C (TG-DTA)

化ホウ酸銀を用いた以外は同様に合成し、No. 5の化合物1.3部を得た。

λ_{max} 1042 nm (アセトニトリル) 吸光係数 87,000
分解温度 214°C (TG-DTA)

(シアノブチル)アミノフェニル-p-フェニレンジアミンを得た。これに実施例1の酸化反応と同様に六フッ化アンチモン酸銀を用い合成し、No. 9の化合物1.2部を得た。

λ_{max} 1084 nm (ジクロロメタン) 吸光係数 96,000
分解温度 253°C (TG-DTA)

素酸銀を用いた以外は同様に合成し、No. 10の化合物1.3部を得た。

λ_{max} 1085 nm (ジクロロメタン) 吸光係数 98,000
分解温度 240°C (TG-DTA)

同様にNo. 1化合物の代わりに適当な本発明の化合物に変え、同様にして赤外線カットフィルターを作成し、評価した。表4及び表5に示した実施例2~5において、実施例2はNo. 1化合物の代わりにNo. 2化合物に変え、実施例3はNo. 4化合物に変え、実施例4はNo. 5化合物に変え、実施例5はNo. 9化合物に変えた評価結果である。

【0051】なお、比較例としてNo. 1の化合物の代わりにテトラキス{p-ジ(n-ブチル)アミノフェニル}フェニレンジイモニウムの六フッ化アンチモン酸塩に変えた以外は同様にして赤外線カットフィルターを作成し、評価した。結果を表4及び表5に示す。

【0052】

表4 (耐光安定性試験)

色素残存率 (%)

	初期	10 h後	20 h後
実施例1	100	94.1	82.4
実施例2	100	88.4	85.8
実施例3	100	90.7	88.4
実施例4	100	83.8	77.2
実施例5	100	92.4	87.2
比較例1	100	77.0	70.8

【0053】

表5 (耐熱安定性試験)

色素残存率 (%)

	初期	1日後	4日後	7日後
実施例1	100	90.3	83.1	74.7
実施例2	100	93.5	91.1	86.4
実施例3	100	95.7	89.2	78.2
実施例4	100	94.7	68.8	22.2
実施例5	100	83.0	63.6	47.4
比較例1	100	75.0	16.7	9.2

【0054】実施例6

前記合成例1で得られたNo. 1の化合物をPMMA (ポリメチルメタクリレート) に対して、0.03%添加し、温度200°Cで射出成形し、厚さ1mmと3mmのフィルターを得た。得られたフィルターの800~1000nmでの平均光線透過率を、分光光度計にて測定したところ、厚さ1mmのフィルターでは20%、3mmのフィルターでは3%であった。

【0055】

【発明の効果】本発明の赤外線カットフィルターは、基材中に、900nm以上に極大吸収を有する一般式(1)のジイモニウム塩化合物を、少なくとも一種含有せしめることによって、近赤外光を効率よくカットするフィルターを作製でき、更に従来のものよりも、耐熱性及び耐光性に優れた赤外線カットフィルターを提供することができる。